PCT WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 7 : A23K 1/00, 1/165

A1

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/36927

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 29. Juni 2000 (29.06.00)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP99/10139

(22) Internationales Anmeldedatum: 18. Dezember 1999 (18.12.99)

(30) Prioritätsdaten:
198 59 385.6 22. Dezember 1998 (22.12.98) DE

(71) Anmelder *(für alle Bestimmungsstaaten ausser US)*: BASF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; D–67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder *(nur für US)*: HARZ, Hans–Peter [DE/DE]; Am Mönchsbusch 22, D–67373 Dudenhofen (DE). HEINZL, Wolfgang [DE/DE]; Am Königswingert 17, D–67157 Wachenheim (DE). SCHÖNER, Franz–Josef [DE/DE]; Poststrasse 26, D–67480 Edenkoben (DE). BETZ, Roland [DE/DE]; Im Brühl 5, D–67150 Niederkirchen (DE). KEßLER, Thomas [DE/DE]; Mutterstadter Strasse 113, D–67105 Schifferstadt (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: BASF AKTIENGESELLSCHAFT; D–67056 Ludwigshafen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: CN, JP, RO, SI, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

Veröffentlicht
Mit internationalem Recherchenbericht.
Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING GRANULATES CONTAINING ENZYMES

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON ENZYMHALTIGEN GRANULATEN

(57) Abstract

The invention relates to a method for producing granulates which contain enzymes and which are suited for feeding animals. The granulates are produced by mixing at least one enzyme with a supporting material and by extruding this mixture. The inventive method is characterized in that the supporting material is firstly plasticized in a screw mixer which is equipped with at least one horizontally arranged screw. Afterwards, the enzyme is introduced into the screw mixer and is processed with the plasticized supporting material to produce a homogeneous material which is then extruded.

(57) Zusammenfassung

Verfahren zur Herstellung von für die Tierernährung geeigneten enzymhaltigen Granulaten durch Vermischen mindestens eines Enzyms mit einem Trägermaterial und Extrusion dieser Mischung, dadurch gekennzeichnet, dass man zunächst das Trägermaterial in einem mit mindestens einer horizontal angeordneten Schnecke ausgerüsteten Schneckenkneter plastifiziert, dann das Enzym in den Schneckenkneter einbringt und mit dem plastifizierten Trägermaterial zu einer homogenen Masse verarbeitet und diese extrudiert.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	**ES**	Spanien	**LS**	Lesotho	**SI**	Slowenien
AM	Armenien	**FI**	Finnland	**LT**	Litauen	**SK**	Slowakei
AT	Österreich	**FR**	Frankreich	**LU**	Luxemburg	**SN**	Senegal
AU	Australien	**GA**	Gabun	**LV**	Lettland	**SZ**	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	**GB**	Vereinigtes Königreich	**MC**	Monaco	**TD**	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	**GE**	Georgien	**MD**	Republik Moldau	**TG**	Togo
BB	Barbados	**GH**	Ghana	**MG**	Madagaskar	**TJ**	Tadschikistan
BE	Belgien	**GN**	Guinea	**MK**	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	**TM**	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	**GR**	Griechenland			**TR**	Türkei
BG	Bulgarien	**HU**	Ungarn	**ML**	Mali	**TT**	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	**IE**	Irland	**MN**	Mongolei	**UA**	Ukraine
BR	Brasilien	**IL**	Israel	**MR**	Mauretanien	**UG**	Uganda
BY	Belarus	**IS**	Island	**MW**	Malawi	**US**	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	**IT**	Italien	**MX**	Mexiko		
CF	Zentralafrikanische Republik	**JP**	Japan	**NE**	Niger	**UZ**	Usbekistan
CG	Kongo	**KE**	Kenia	**NL**	Niederlande	**VN**	Vietnam
CH	Schweiz	**KG**	Kirgisistan	**NO**	Norwegen	**YU**	Jugoslawien
CI	Côte d'Ivoire	**KP**	Demokratische Volksrepublik Korea	**NZ**	Neuseeland	**ZW**	Zimbabwe
CM	Kamerun			**PL**	Polen		
CN	China	**KR**	Republik Korea	**PT**	Portugal		
CU	Kuba	**KZ**	Kasachstan	**RO**	Rumänien		
CZ	Tschechische Republik	**LC**	St. Lucia	**RU**	Russische Föderation		
DE	Deutschland	**LI**	Liechtenstein	**SD**	Sudan		
DK	Dänemark	**LK**	Sri Lanka	**SE**	Schweden		
EE	Estland	**LR**	Liberia	**SG**	Singapur		

Verfahren zur Herstellung von enzymhaltigen Granulaten

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein neues Verfahren zur Herstellung von für die Tierernährung geeigneten enzymhaltigen Granulaten durch Vermischen mindestens eines Enzyms mit einem Trägermaterial und Extrusion dieser Mischung.

Die Verwendung von enzymhaltigen Materialien in der Tierernährung ist allgemein bekannt. Solche Mittel wirken verdauungsfördernd und verbessern dadurch die Futterverwertung und die Energieaufnahme aus dem Futter.

In der EP-B 257 996 sind enzymhaltige Vormischungen für die Tierernährung beschrieben, die durch Absorption von wäßrigen Enzymlösungen auf einen Träger auf Getreidebasis mit anschließender Pelletierung des Träger-Enzym-Komplexes erhalten werden.

Aus der WO 97/12958 ist die Herstellung von enzymhaltigen Mikrogranulaten durch Wirbelbettgranulierung bekannt, wobei eine Vormischung aus einer wäßrigen Enzymlösung und einem Bindemittel im Wirbelbett auf einen Träger aufgebracht wird und das so erhaltene Material anschließend mit einem Überzug aus einem wasserlöslichen Polymer versehen wird.

In der EP-B 564 476 ist ein Verfahren zur Herstellung von Enzymgranulaten durch Extrudieren eines durch Vermischen einer Fermentationsbrühe mit Zuschlagstoffen entstandenen rieselfähigen Enzymvorgemischs beschrieben.

Die bekannten Verfahren sind jedoch relativ aufwendig und die entstehenden Produkte lassen hinsichtlich der Produktstabilität und der Korngrößenverteilung noch Raum für Verbesserungen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es ein Verfahren zur Herstellung von enzymhaltigen Granulaten für den Einsatz in der Tierernährung, welches zu verbesserten Produkteigenschaften führt, zu finden.

Demgemäß wurde ein Verfahren zur Herstellung von für die Tierernährung geeigneten Enzymgranulaten durch Vermischen mindestens eines Enzyms mit einem Trägermaterial und Extrusion dieser Mischung gefunden, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man zunächst das Trägermaterial in einem mit mindestens einer horizontal angeordneten Schnecke ausgerüsteten Schneckenkneter

plastifiziert, dann das Enzym in den Schneckenkneter einbringt und mit dem plastifizierten Trägermaterial zu einer homogenen Masse verarbeitet und diese extrudiert.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich prinzipiell zur Verarbeitung aller Enzyme oder Enzymmischungen, insbesondere für solche,die für die Tierernährung geeignet sind. Als Enzyme kommen beispielsweise in Betracht:

Oxidoreduktasen, Transferasen, Lyasen, Isomerasen oder Ligasen, und insbesondere Hydrolasen. Hydrolasen, also Enzyme, die eine hydrolytische Spaltung von Bindungen verursachen können, sind beispielsweise Esterasen, Glykosidasen, Etherhydrolasen, Proteasen, Amidasen, Aminidasen, Nitrilasen oder Phosphatasen. Zu den Glyksidasen gehören beispielsweise sowohl endo- als auch exo-Glucosidasen, die sowohl α- als auch β-glykosidische Bindungen spalten können, z.B. Amylase, Maltase, Cellulase, Endo-Xylanase, ß-Glucanase, Mannanase, oder Lysozym, weiterhin Galactosidase oder ß-Glucuronidasen. Bevorzugt werden Nichtstärkepolysaccharid-spaltende Enzyme verarbeitet. Ganz besonders bevorzugt ist Phytase.

Die Enzyme werden im allgemeinen als wäßrige Lösungen eingesetzt, vorzugsweise als wäßrige Retentate einer Ultrafiltration, wie sie auf an sich bekannte Weise aus Fermentationsprozessen erhalten werden.

Die Trockenmasse an Enzym liegt im Bereich von 15 bis 35, bevorzugt 20 bis 25 Gew.-%, bei 10.000 bis 35.000 IU/g. die wäßrigen Enzymlösungen werden in solchen Mengen eingesetzt, daß im Granulat 1000 bis 8000 Einheiten/g enthalten sind.

Man kann die Enzyme aber auch in den entsprechenden Mengen in Form von Trockenpulvern einsetzen.

Besonders bevorzugt werden erfindungsgemäß Phytase-Ultrafiltrate.

Als Hilfsstoffe für die Trägermatrix eignen sich prinzipiell alle für die Tierernährung geeigneten Hilfsstoffe, die unter den pH-Bedingungen im Verdauungstrakt der Tiere die Enzyme ausreichend schnell freisetzen und eine gute Verträglichkeit mit den Enzymen aufweisen. Geeignete Hilfsstoffe sind beispielsweise polymere Bindemittel wie Polyvinylpyrrolidon, Copolymere aus N-Vinylpyrrolidon und N-Vinylacetat wie beispielsweise ein VP-VAc-Copolymer 6+4, oder Cellulosederivate wie Hydroxypropylcellulose oder bevorzugt Hydroxypropylmethylcellulose, weiterhin Polyvinylacetat, Polyvinylalkohol, Polyacrylate oder Polymethacrylate.

Ebenso eignen sich Getreideprodukte wie beispielsweise Weizengriesskleie, oder Milchprodukte wie z.B. Magermilchpulver. Als Trägermaterialien eigene sich insbesondere auch Fette und Wachse.

Ebenso eignen sich alle Arten von Stärke, weiterhin Oligosaccharide wie die Dextrine sowie Di- und Monosaccharide wie z.B. Saccharose, Lactose, Fructose, Galactose, Mannose oder Sorbose. Als Materialien für die Trägermatrix kommen weiterhin niedermolekulare Polyethylenglykole mit Molekulargewichten von 200 bis 20000 g/mol, bevorzugt 5000 bis 8000 g/mol in Betracht. Ebenso eigenen sich Polyoxyethylen-polyoxypropylen-Blockcopolymere, die auch als Poloxamere bekannt sind.

Besonders bevorzugt werden als Trägermaterialien Mischungen aus Stärke und Polyethylenglykolen eingesetzt.

Man kann den Trägermaterialien weiterhin auch Gelatine oder andere Proteine in Mengen von bis zu 50 Gew.-% zusetzen. Ebenso können die Trägermaterialien anorganische Zusatzstoffe wie Kalk, Bentonite oder Silicate enthalten.

Der Anteil der Trägermaterialien am Gesamtgewicht der Granulate beträgt, bezogen auf das Trockengewicht der Granulate, bis zu 99,9 Gew.-%, bevorzugt 50 bis 99 Gew.-%, besonders bevorzugt 88 bis 98 Gew.-%.

Zusätzlich können den Trägermaterialien noch Mineralstoffe wie beispielsweise Magnesiumsulfat, Zinksulfat oder Natriumsulfat zugegeben werden. Weiterhin kann zur Einstellung oder pH-Werte auch die Zugabe von weiteren Salzen wie beispielsweise Acetaten, Tartraten oder Citraten hilfreich sein.

Erfindungsgemäß kann man alle Komponenten für das Trägermaterial zu einer Vormischung zusammengeben und in den Schneckenkneter einbringen oder auch einzelne Hilfsstoffkomponenten zu einem späteren Zeitpunkt während des Extrudierens hinzufügen.

Zum Vermischen und Homogenisieren der Trägermaterialien und des enzymhaltigen Ultrafiltrats oder des Enzymtrockenpulvers eignen sich alle Schneckenkneter mit mindestens einer horizontal angebrachten Schnecke. Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt neben dem Einsatz von Einschnecken-Extrudern auch den Einsatz von kämmenden oder nichtkämmenden Mehrwellenextrudern, insbesondere von Zweischneckenextrudern die gleichsinnig oder gegensinnig drehend sein können.

Erfindungsgemäß werden zunächst die Komponenten der Trägermatrix in einem Schneckenkneter durch Zuführung von mechanischer und thermischer Energie plastifiziert. Je nach Art der Trägermaterialien kann dies beispielsweise durch Schmelzen der Komponenten erfolgen. Die Plastifizierung kann bei Temperaturen im Bereich von 20 bis 250°C durchgeführt werden.

Nach dem die Trägermaterialien bzw. deren Gemische ausreichend plastifiziert und homogenisiert sind, erfolgt eine Abkühlung der Masse und anschließend der Eintrag des Ultrafiltrats oder des Enzymtrockenpulvers in den Schneckenkneter. Der Eintrag kann beispielsweise so erfolgen, daß das wässrige Ultrafiltrat oder das Enzymtrockenpulver über geeignete Dosiervorrichtungen dem Schneckenkanal zugeführt wird. Die Massetemperatur der Trägermaterialien beträgt an dieser Stelle bevorzugt nicht über 70°C, besonders bevorzugt 20 bis 60°C.

Die Länge des Schneckenkanals wird vorzugsweise so gewählt, daß die Gesamtverweilzeit der Masse im Extruder kleiner 10 min., bevorzugt kleiner 2 min. beträgt. Insbesondere in Extruderschüssen, in denen die Massetemperatur größer 30°C beträgt, soll die Verweilzeit kleiner 2 min. betragen.

Im Anschluß an die Homogenisierung erfolgt in der Regel der Austrag aus dem Extruder und die Formgebung. Dabei kann die homogenisierte Masse durch eine Düse oder durch eine Lochplatte extrudiert werden. Die austretenden Stränge können durch Heiß- oder Kaltabschlag zu gleichteiligen Granulaten verformt werden.

Man kann auch durch Anlegen eines Vakuums eine Teiltrocknung der Masse im Extruder vornehmen. Man kann auch direkt Granulate aus dem Extruder austragen, und zwar dergestalt, daß die Schnecke an ihrem zum Extruderkopf hingelegenen Ende mit Mahlelementen ausgerüstet ist. Die Extrusion erfolgt dann über den offenen Extruderkopf.

Gewünschtenfalls können die so erhaltenen Granulate anschließend einem zusätzlichen Trocknungsprozess unterworfen werden.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltenen enzymhaltigen Granulate weisen mittlere Korngrößen im Bereich von 500 bis 2000 µm, vorzugsweise von 500 bis 1000 µm auf.

Sie eignen sich zum Einsatz in Futtermitteln für Geflügel, Schweine, Kälber oder zum Einsatz in der Aquakultur, beispielsweise in Forellen- oder Lachsfutter.

Zur Herstellung der Futtermittelpellets werden die Enzymgranulate mit einem Futtermittel vermischt. Im allgemeinen werden z.B. bei Phytase enthaltenden Futtermitteln Gehalte von einigen zehn bis einigen hundert ppm Phytase eingestellt. Anschließend wird das Futter pelletiert, wobei alle handelsüblichen Typen von Pelletpressen zum Einsatz kommen können. All diesen Pelletpressen ist gemeinsam, daß zunächst das Futter durch Dampfeinleitung konditioniert und anschließend durch die Matrize gepresst wird. Je nach Matrize können so Pellets von 2 bis 12 mm Korngröße hergestellt werden. Beim Pressen der Pellets durch die Matrize wird die maximale Temperaturbelastung des Pelletierprozesses erreicht. Hierbei können Temperaturen von 60 bis 100°C erzielt werden.

Zur Beurteilung der Stabilität der Futtermittel-Enzyme beim Pelletieren wurde eine Standardpelletierung festgelegt. Dabei wird zur Verbesserung der analytischen Gehaltsbestimmung die Enzymdosierung im Futter erhöht. Der Pelletierprozess wird so durchgeführt, daß stets eine Pellettemperatur von 80°C erreicht wird. Vom pelletierten Futter wird die Aktivität des Enzyms im Vergleich zur Ausgangsaktivität bestimmt, wobei gegebenenfalls um den Gehalt an nativem Enzym korrigiert wird. Zur Kontrolle wird stets ein Standard mitpelletiert und analysiert.

Aufgrund ihrer günstigen Korngrößenverteilung und der Einbettung des Enzymmaterials in eine stabilisierende Matrix weisen die Granulate eine gute Thermostabilität, insbesondere bei der Verarbeitung zu Futtermittelpellets, auf.

Beispiele

Allgemeine Verfahrensbeschreibung

Die Herstellung der Granulate erfolgt in einem Doppelschneckenextruder des Typs ZSK 30, Fa. Werner & Pfleiderer. Der Extruder wird mit dem folgenden Temperaturprofil betrieben:

Schuß 1: 40°C; Schuß 2: 100°C; Schuß 3: 120°C; Schuß 4: 60°C;

Schuß 5: 45°C; Schuß 6: 45°C; Schuß 7: 45°C

Die Zugabe der Enzymlösung erfolgt in Schuß 6. Die Masse wird durch eine Lochplatte extrudiert und getrocknet.

Auf diese Weise lassen sich Formulierungen der folgenden Zusammensetzung verarbeiten:

Formulierung 1

Phytase	4	Gew.-%
Maisstärke	76	Gew.-%
Polyethylenglykol 6000	20	Gew.-%

Formulierung 2

Phytase	5	Gew.-%
Maisstärke	88,6	Gew.-%
Lutrol® F127) (Poloxamer 407)	2,4	Gew.-%
$MgSO_4$	4	Gew.-%

Formulierung 3

Phytase	6	Gew.-%
Maisstärke	70	Gew.-%
Lutrol® F127) (Poloxamer 407)	20	Gew.-%
$MgSO_4$	4	Gew.-%

Formulierung 4

Phytase	6	Gew.-%
Maisstärke	76	Gew.-%
Hydroxypropylmethylcellulose	15	Gew.-%
$MgSO_4$	3	Gew.-%

Formulierung 5

Phytase	5	Gew.-%
Maisstärke	90	Gew.-%
Fett	5	Gew.-%

Formulierung 6

Phytase	7	Gew.-%
Maisstärke	68	Gew.-%
Lutrol® F68 (Poloxamer 188)	25	Gew.-%

Formulierung 7

Phytase	8	Gew.-%
Maisstärke	75	Gew.-%
Hydroxypropylmethylcellulose	7,5	Gew.-%
Copovidone	7,5	Gew.-%
$MgSO_4$	2	Gew.-%

Formulierung 8

Phytase	10	Gew.-%
Maistärke	83	Gew.-%
Hydroxypropymethylcellulose	2,5	Gew.-%
Copovidone	2,5	Gew.-%
MgSO4	2	Gew.-%

Formulierung 9

Phytase	6,5	Gew.-%
Maisstärke	90	Gew.-%
Polyvinylalkohol	3,5	Gew.-%

Pelletierversuch

Die Granulate werden zusammen mit einem Futtermittel (Zusammensetzung siehe nachstehende Tabelle)in einer Pelletiermaschine der Firma CPM (California Pellet Mill Company) bei Temperaturen im Bereich von 70 bis 80°C zu Pellets verarbeitet. Die Bestimmung der Enzymretention (jeweils korrigiert um native Phytase) erfolgt wie in "Bestimmung der Phytaseaktivität in Futtermitteln und Vormischungen, VDLUFA-Methodenbuch, Band III, 4. Erg., 1997" beschrieben.

Tabelle: Zusammensetzung Schweinemastfutter

Komponenten	Gew.-%
Mais	20,70
Gerste	40,00
Tapioka	10,00
Hafer	10,00
Sojaschrot	13,00
Fischmehl	3,00
Weizenkleie	0,84
Sojaöl	0,50
Kohlensaurer Futterkalk	1,20
Viehsalz	0,20
Spurenelemente	0,06
DL-Methionin	0,05
Cholinchlorid (50 %)	0,05
Propionsäure	0,40

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von für die Tierernährung geeigneten enzymhaltigen Granulaten durch Vermischen mindestens eines Enzyms mit einem Trägermaterial und Extrusion dieser Mischung, dadurch gekennzeichnet, daß man zunächst das Trägermaterial in einem mit mindestens einer horizontal angeordneten Schnecke ausgerüsteten Schneckenkneter plastifiziert, dann das Enzym in den Schneckenkneter einbringt und mit dem plastifizierten Trägermaterial zu einer homogenen Masse verarbeitet und diese extrudiert.

2. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Enzym in Form einer wäßrigen Lösung zugegeben wird.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Trägermaterial eine Mischung aus Stärke und mindestens einem weiteren thermoplastisch verarbeitbaren Polymer einsetzt.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man Mischungen aus Stärke und Polyethylenglykol einsetzt.

5. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man Mischungen aus Stärke und Hydroxypropylmethylcellulose einsetzt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man vor Zugabe des Enzyms die Temperatur des plastifizierten Trägermaterials auf maximal 70°C absenkt.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Gesamtverweilzeit im Schneckenkanal des Extruders <10 min beträgt.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß als Enzym Phytase eingesetzt wird.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int ...ational Application No
PCT/EP 99/10139

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 A23K1/00 A23K1/165

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 A23K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 012, no. 186 (C-500), 31 May 1988 (1988-05-31) & JP 62 294039 A (TOSHIBA MACH CO LTD;OTHERS: 01), 21 December 1987 (1987-12-21) abstract	1-8
Y	WO 98 54980 A (HARZ HANS PETER ;BARENDSE RUDOLF CAROLUS MARIA (NL); GIST BROCADES) 10 December 1998 (1998-12-10) page 4, line 21 -page 5, line 3 page 5, line 21-29 page 8, line 3-24 example 4 claims 1,2,5,13-15	1-8

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
26 April 2000	30/05/2000

Name and mailing address of the ISA	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Rooney, K

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No
PCT/EP 99/10139

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 62294039 A	21-12-1987	JP 1030469 B	20-06-1989
		JP 1558112 C	16-05-1990
WO 9854980 A	10-12-1998	AU 8435798 A	21-12-1998
		AU 8435898 A	21-12-1998
		WO 9855599 A	10-12-1998
		EP 0986313 A	22-03-2000
		EP 0990026 A	05-04-2000
		GB 2340834 A	01-03-2000
		GB 2341077 A	08-03-2000
		NO 995993 A	06-12-1999
		NO 995994 A	06-12-1999

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Int ...nationales Aktenzeichen
PCT/EP 99/10139

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 A23K1/00 A23K1/165

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 A23K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 012, no. 186 (C-500), 31. Mai 1988 (1988-05-31) & JP 62 294039 A (TOSHIBA MACH CO LTD;OTHERS: 01), 21. Dezember 1987 (1987-12-21) Zusammenfassung ---	1-8
Y	WO 98 54980 A (HARZ HANS PETER ;BARENDSE RUDOLF CAROLUS MARIA (NL); GIST BROCADES) 10. Dezember 1998 (1998-12-10) Seite 4, Zeile 21 -Seite 5, Zeile 3 Seite 5, Zeile 21-29 Seite 8, Zeile 3-24 Beispiel 4 Ansprüche 1,2,5,13-15 -----	1-8

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

° Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
26. April 2000	30/05/2000
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	**Bevollmächtigter Bediensteter** Rooney, K

Formblatt PCT/ISA/210 (Blatt 2) (Juli 1992)

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Int ...ationales Aktenzeichen
PCT/EP 99/10139

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
JP 62294039 A	21-12-1987	JP 1030469 B	20-06-1989
		JP 1558112 C	16-05-1990
WO 9854980 A	10-12-1998	AU 8435798 A	21-12-1998
		AU 8435898 A	21-12-1998
		WO 9855599 A	10-12-1998
		EP 0986313 A	22-03-2000
		EP 0990026 A	05-04-2000
		GB 2340834 A	01-03-2000
		GB 2341077 A	08-03-2000
		NO 995993 A	06-12-1999
		NO 995994 A	06-12-1999